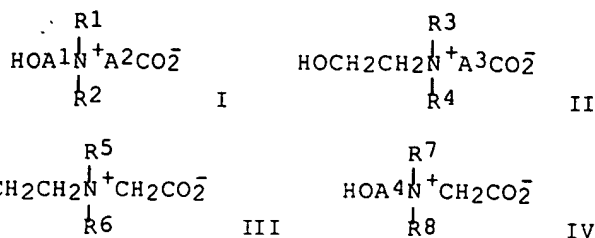


	PATENT NO.	KIND	DATE	APPLICATION NO.	DATE
PI	JP 07223920	A2	19950822	JP 1994-17441	19940214
OS	MARPAT 123:349877				
GI					



- AB 2 Cosmetics contg. carboxybetaines I (A1 = C2, C6-15 alkylene; A2 = CH2, C6-15 alkylene; R1-2 = C1-15 alkyl, C2-15 alkenyl; .gtoreq.3 of A1-2, R1-2 = group having <6 C), II (A3 = C6-15 alkylene; R3-4 = C1-5 alkyl, C2-5 alkenyl), III (R5 = C6-15 alkyl, alkenyl; R6 = C1-5 alkyl, C2-5 alkenyl), or IV (A4 = C6-15 alkylene; R7-8 = C1-5 alkyl, C2-5 alkenyl) are claimed. The cosmetics show high resistance to sweat and H2O and have no stickiness, and the moisturizing effect lasts long after washing out. Hair after shampooing was treated with a rinse compn. contg. stearyltrimethylammonium chloride 1.3, cetyl alc. 4, II [R3 = R4 = Me, A3 = (CH2)10] (prepn. given) 3 wt.%, and H2O balance, rinsed out with warm water, and then dried by a dryer to have soft and moisturized texture.
- ST carboxybetaine moisturizer cosmetic hair prepn; hydroxyalkylbetaine moisturizer cosmetic hair prpen
- IT Bath preparations  
(cosmetics and hair prepns. contg. (hydroxyalkyl)carboxybetaines as moisturizers without stickiness)
- IT Betaines  
RL: BUU (Biological use, unclassified); PNU (Preparation, unclassified); BIOL (Biological study); PREP (Preparation); USES (Uses)  
(hydroxyalkyl; cosmetics and hair prepns. contg.  
(hydroxyalkyl)carboxybetaines as moisturizers without stickiness)
- IT Cosmetics  
(moisturizers, cosmetics and hair prepns. contg.  
(hydroxyalkyl)carboxybetaines as moisturizers without stickiness)
- IT Hair preparations  
(rinses, cosmetics and hair prepns. contg.  
(hydroxyalkyl)carboxybetaines as moisturizers without stickiness)
- IT 3926-62-3, Chloroacetic acid sodium salt  
RL: RCT (Reactant)  
(N-alkylation of (methylamino)ethanol; cosmetics and hair prepns. contg. (hydroxyalkyl)carboxybetaines as moisturizers without stickiness)
- IT 107-07-3, Ethylene chlorohydrin, reactions  
RL: RCT (Reactant)  
(N-alkylation of methylhexylamine; cosmetics and hair prepns. contg. (hydroxyalkyl)carboxybetaines as moisturizers without stickiness)
- IT 109-83-1, 2-(Methylamino)ethanol  
RL: RCT (Reactant)  
(N-alkylation with Na chloroacetate; cosmetics and hair prepns. contg. (hydroxyalkyl)carboxybetaines as moisturizers without stickiness)
- IT 35161-70-7, N-Methyl-N-hexylamine  
RL: RCT (Reactant)  
(N-alkylation with ethylene chlorohydrin; cosmetics and hair prepns. contg. (hydroxyalkyl)carboxybetaines as moisturizers without stickiness)
- IT 34614-13-6P 154755-71-2P 170867-96-6P 170867-97-7P  
RL: BUU (Biological use, unclassified); PNU (Preparation, unclassified); BIOL (Biological study); PREP (Preparation); USES (Uses)  
(cosmetics and hair prepns. contg. (hydroxyalkyl)carboxybetaines as moisturizers without stickiness)

3:  
Cp27

IT 2009-83-8, 6-Chlorohexanol 51309-10-5, 10-Chlorodecanol  
RL: RCT (Reactant)  
(quaternization of dimethylglycine; cosmetics and hair prepns. contg.  
(hydroxyalkyl)carboxybetaines as moisturizers without stickiness)

IT 108-01-0, N,N-Dimethylethanolamine  
RL: RCT (Reactant)  
(quaternization with Na bromoundecanoate; cosmetics and hair prepns.  
contg. (hydroxyalkyl)carboxybetaines as moisturizers without  
stickiness)

IT 60021-94-5P  
RL: PNU (Preparation, unclassified); RCT (Reactant); PREP (Preparation)  
(quaternization with Na chloroacetate; cosmetics and hair prepns.  
contg. (hydroxyalkyl)carboxybetaines as moisturizers without  
stickiness)

IT 2491-06-7, Dimethylglycine hydrochloride  
RL: RCT (Reactant)  
(quaternization with chloroalkanols; cosmetics and hair prepns. contg.  
(hydroxyalkyl)carboxybetaines as moisturizers without stickiness)

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平7-223920

(43) 公開日 平成7年(1995)8月22日

(51) Int.Cl. <sup>6</sup>	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
A 6 1 K 7/00	C			
	U			
7/06				
7/08				
7/48				

審査請求 未請求 請求項の数4 O L (全 9 頁) 最終頁に続く

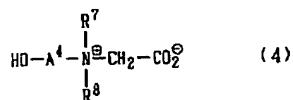
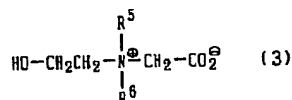
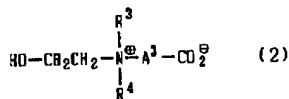
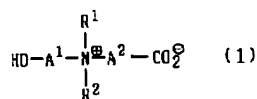
(21) 出願番号	特願平6-17441	(71) 出願人	000000918 花王株式会社 東京都中央区日本橋茅場町1丁目14番10号
(22) 出願日	平成6年(1994)2月14日	(72) 発明者	木場 淳介 千葉県松戸市南花島中町252-7-403
		(72) 発明者	深澤 純一 神奈川県横浜市港南区日野2-41-1
		(72) 発明者	余田 好孝 千葉県鎌ヶ谷市初富本町2-3-20-105
		(72) 発明者	木附 智人 和歌山県和歌山市西浜1450 花王水軒社宅 222号
		(74) 代理人	弁理士 有賀 三幸 (外3名)

(54) 【発明の名称】 化粧品

(57) 【要約】

【構成】 一般式(1)、(2)、(3)又は(4)で表わされるカルボキシペタインを含有する化粧品。

【化1】



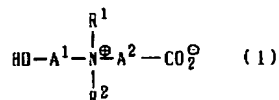
(式中、A<sup>1</sup> ~ A<sup>4</sup> はアルキレン基を示し、R<sup>1</sup> ~ R<sup>8</sup> はアルキル基、アルケニル基を示す)

【効果】 この化粧品は、優れた保湿効果を有し、その効果は汗や水洗等により損なわれにくく、かつ皮膚や毛髪に対してべとつかず、しっとりとした感触とともに柔軟性を付与するものであり、特に洗い流して用いるタイプのリンス、ボディリンスとして好適である。

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 次の一般式(1)

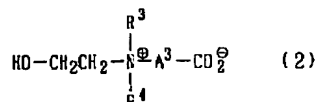
【化1】



〔式中、A<sup>1</sup> は炭素数2又は炭素数6～15のアルキレン基を示し、A<sup>2</sup> は炭素数1又は炭素数6～15のアルキレン基を示し、R<sup>1</sup> 及びR<sup>2</sup> は同一又は異なって、炭素数1～15のアルキル基又は炭素数2～15のアルケニル基を示すが、A<sup>1</sup>、A<sup>2</sup>、R<sup>1</sup> 及びR<sup>2</sup> のうち炭素数6以上の基は1つのみである〕で表わされるカルボキシペタインを含有する化粧料。

【請求項2】 次の一般式(2)

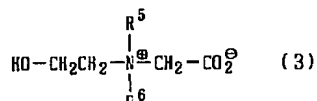
【化2】



〔式中、A<sup>3</sup> は炭素数6～15のアルキレン基を示し、R<sup>3</sup> 及びR<sup>4</sup> は同一又は異なって炭素数1～5のアルキル基又は炭素数2～5のアルケニル基を示す〕で表わされるカルボキシペタインを含有する化粧料。

【請求項3】 次の一般式(3)

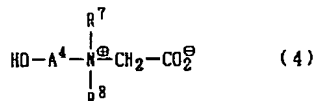
【化3】



〔式中、R<sup>5</sup> は炭素数6～15のアルキル又はアルケニル基を示し、R<sup>6</sup> は炭素数1～5のアルキル基又は炭素数2～5のアルケニル基を示す〕で表わされるカルボキシペタインを含有する化粧料。

【請求項4】 次の一般式(4)

【化4】



〔式中、A<sup>4</sup> は炭素数6～15のアルキレン基を示し、R<sup>7</sup> 及びR<sup>8</sup> は同一又は異なって、炭素数1～5のアルキル基又は炭素数2～5のアルケニル基を示す〕で表わされるカルボキシペタインを含有する化粧料。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】本発明は化粧料に関し、更に詳しくは汗や水洗等で保湿効果が損なわれにくく、かつ皮膚や毛髪に対してべとつかず、しっとりとした感触を付与する化粧料に関する。

【0002】

【従来の技術】従来、化粧料には皮膚及び毛髪に対する保湿効果を有する各種保湿剤が配合されている。しかしながら、これらの保湿剤は汗等の水分に弱く、プール等で用いたり、リンス、ボディリンス等の洗い流して用いるタイプの化粧料においては、その本来の効果を充分発揮できないことが多い。一方、洗い流してもなお皮膚や毛髪保護効果を充分残存させる目的で保湿剤を多量に配合すると、べとつき等が生じ使用感が悪くなるという問題があった。

【0003】このような欠点が少ない保湿剤としては、ホスホペタインが知られているが(特開平5-124926号公報)、このものも、十分に水分に強く、べとつきを生じないというものではなく、満足できるものではなかった。

【0004】

【発明が解決しようとする課題】従って、本発明の目的は汗等の水分に強く、洗い流しても充分な保湿効果を奏し、かつべとつき等を生ぜず、しっとりとした良好な感触を与える化粧料を提供することにある。

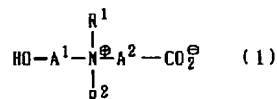
【0005】

【課題を解決するための手段】かかる状況に鑑み、本発明者らは鋭意検討した結果、後記一般式(1)～(4)で表わされるカルボキシペタインを配合すれば、洗い流した後も保湿効果が持続し、かつ使用感の良好な化粧料が得られることを見出し、本発明を完成した。

【0006】すなわち、本発明は、次の一般式(1)、(2)、(3)又は(4)

【0007】

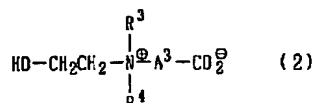
【化5】



【0008】〔式中、A<sup>1</sup> は炭素数2又は炭素数6～15のアルキレン基を示し、A<sup>2</sup> は炭素数1又は炭素数6～15のアルキレン基を示し、R<sup>1</sup> 及びR<sup>2</sup> は同一又は異なって、炭素数1～15のアルキル基又は炭素数2～15のアルケニル基を示すが、A<sup>1</sup>、A<sup>2</sup>、R<sup>1</sup> 及びR<sup>2</sup> のうち炭素数6以上の基は1つのみである〕

【0009】

【化6】



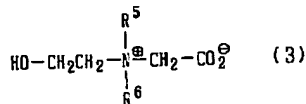
【0010】〔式中、A<sup>3</sup> は炭素数6～15のアルキレン基を示し、R<sup>3</sup> 及びR<sup>4</sup> は同一又は異なって炭素数1～5のアルキル基又は炭素数2～5のアルケニル基を示す〕

50 す]

3

【0011】

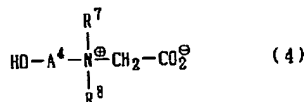
【化7】



【0012】〔式中、 $\text{R}^5$  は炭素数6～15のアルキル又はアルケニル基を示し、 $\text{R}^6$  は炭素数1～5のアルキル基又は炭素数2～5のアルケニル基を示す〕

【0013】

【化8】



【0014】〔式中、 $\text{A}^4$  は炭素数6～15のアルキレン基を示し、 $\text{R}^7$  及び $\text{R}^8$  は同一又は異なって、炭素数1～5のアルキル基又は炭素数2～5のアルケニル基を示す〕で表わされるカルボキシペタインを含有する化粧料を提供するものである。

【0015】本発明で用いられるカルボキシペタインは前記一般式(1)、(2)、(3)又は(4)で表わされるものであるが、(1)式中、 $\text{A}^1$  及び $\text{A}^2$  の炭素数6～15のアルキレン基の具体例としては、ヘキシレン基、ヘプチレン基、オクチレン基、ノニレン基、デシレン基、ウンデシレン基、ドデシレン基、トリデシレン基、テトラデシレン基、ペンタデシレン基等が挙げられる。これらのうち好ましいものとしては炭素数6～10のものであり、更に好ましいのはヘキシレン基である。

【0016】また(1)式中、 $\text{R}^1$  及び $\text{R}^2$  で示される炭素数1～15のアルキル基としては、例えばメチル基、エチル基、プロピル基、ブチル基、ペンチル基、ヘキシル基、ヘプチル基、オクチル基、ノニル基、デシル基、ウンデシル基、ドデシル基、トリデシル基、テトラデシル基、ペンタデシル基が挙げられ、これらは、直鎖又は分岐鎖の有するものであってもよい。

【0017】また、(1)式中の $\text{R}^1$  及び $\text{R}^2$  で示される炭素数2～15のアルケニル基としては、例えば、エテニル基、プロベニル基、ブテニル基、ペンテニル基、ヘキセニル基、ヘプテニル基、オクテニル基、ノネニル基、デセニル基、ドデセニル基、ウンデセニル基、トリデセニル基、テトラデセニル基、ペンタデセニル基等が挙げられ、これらは直鎖又は分岐鎖を有するものであってもよい。

【0018】また、一般式(1)で表わされるカルボキシペタインは、 $\text{A}^1$ 、 $\text{A}^2$ 、 $\text{R}^1$  及び $\text{R}^2$  のうち炭素数6以上の基は1つのみであるが、 $\text{A}^1$  又は $\text{A}^2$  が炭素数6以上のときは、 $\text{R}^1$  及び $\text{R}^2$  の基はメチル基又は／及びエチル基が特に好ましい。

【0019】また、(2)式中、 $\text{A}^3$  で示される炭素数

4

6～15のアルキレン基としては、ヘキシレン基、ヘプチレン基、オクチレン基、ノニレン基、デシレン基、ウンデシレン基、ドデシレン基、トリデシレン基、テトラデシレン基、ペンタデシレン基等が挙げられる。これらのうち好ましいものとしては炭素数6～10のものであり、更に好ましいのはヘキシレン基である。

【0020】また、(2)式中、 $\text{R}^3$  及び $\text{R}^4$  で示される炭素数1～5のアルキル基としては、メチル基、エチル基、直鎖又は分岐鎖のプロピル、ブチル及びペンチル基が挙げられ、炭素数2～5のアルケニル基としては、エテニル基、プロベニル基、ブテニル基、ペンテニル基が挙げられる。これらのうち、特に炭素数1～5のアルキル基が好ましい。

【0021】(3)式中、 $\text{R}^5$  で示される炭素数6～15のアルキル基としては、例えばヘキシル基、ヘプチル基、オクチル基、ノニル基、デシル基、ウンデシル基、ドデシル基、トリデシル基、テトラデシル基、ペンタデシル基が挙げられ、これらは直鎖又は分岐鎖を有していてもよい。また $\text{R}^5$  の炭素数6～15のアルケニル基としては、ヘキセニル基、ヘプテニル基、オクテニル基、ノネニル基、デセニル基、ドデセニル基、ウンデセニル基、トリデセニル基、テトラデセニル基、ペンタデセニル基等が挙げられ、これらは直鎖又は分岐鎖を有するものであってもよい。

【0022】 $\text{R}^6$  の炭素数1～5のアルキル基としては、例えばメチル基、エチル基、直鎖又は分岐鎖のプロピル、ブチル及びペンチル基が挙げられ、これらは直鎖又は分岐鎖を有するものであってもよい。また $\text{R}^6$  の炭素数2～5のアルケニル基としてはエテニル基、プロベニル基、ブテニル基、ペンテニル基が挙げられる。これらのうち、特に炭素数1～5のアルキル基が好ましい。

【0023】また、(4)式中、 $\text{A}^4$  で示される炭素数6～15のアルキレン基としては、ヘキシレン基、ヘプチレン基、オクチレン基、ノニレン基、デシレン基、ウンデシレン基、ドデシレン基、トリデシレン基、テトラデシレン基、ペンタデシレン基等が挙げられる。これらのうち好ましいものとしては炭素数6～10のものであり、更に好ましいのはヘキシレン基である。

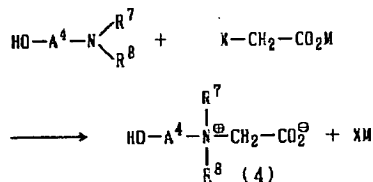
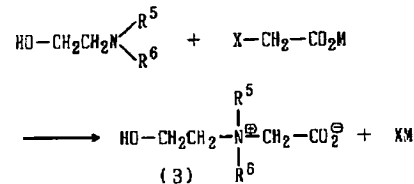
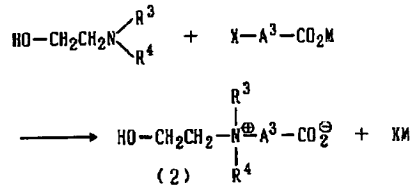
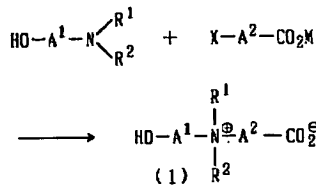
【0024】また、(4)式中、 $\text{R}^7$  及び $\text{R}^8$  で示される炭素数1～5のアルキル基としては、メチル基、エチル基、直鎖又は分岐鎖のプロピル、ブチル及びペンチル基が挙げられ、炭素数2～5のアルケニル基としては、エテニル基、プロベニル基、ブテニル基、ペンテニル基が挙げられる。これらのうち、特に炭素数1～5のアルキル基が好ましい。

【0025】上記一般式(1)～(4)で表わされるカルボキシペタインは、例えば、下記式の如くアミン化合物とカルボン酸塩とを反応させることにより製造することができる。

【0026】

5

【化9】



【0027】【式中、 $\text{A}^1 \sim \text{A}^4$  及び  $\text{R}^1 \sim \text{R}^8$  は前記と同じものを示し、 $\text{X}$ はハロゲン原子、 $\text{M}$ は陽イオンを示す)

【0028】上記反応式中、 $\text{X}$ で示されるハロゲン原子としては、フッ素原子、塩素原子、臭素原子又は沃素原子が挙げられ、 $\text{M}$ で示される陽イオンとしては、ナトリウムイオン、カリウムイオン等が挙げられる。

【0029】上記反応式において、アミン化合物とカルボン酸塩との反応は、例えばアミン化合物に対し1~5倍モル、好ましくは1~2倍モルのカルボン酸塩を用い、不活性溶媒中で20~120℃、好ましくは40~90℃の温度で行えばよい。

【0030】ここで用いる不活性溶媒としては、水、メタノール、エタノール、イソプロパノール、ジメチルホルムアミド、ジメチルスルホキシド等の極性溶媒又はこれらから選ばれる二種以上の混合溶媒が挙げられ、これらのうち低級アルコール及び水と低級アルコールとの混合溶媒が好ましい。

【0031】反応生成物には、目的物であるカルボキシベタイン(1)~(4)の他、副生物としての無機塩、未反応のアミン化合物やカルボン酸塩及び/又はその加

6

水分解物が含まれている。この反応物中の各成分の割合は、使用する原料の種類、それらの反応比、使用する溶媒の種類及び量、反応温度等に依存する。従って、使用目的によっては反応生成物をそのまま用いることも可能であるが、更に高純度品が必要とされる場合には、例えば、溶媒分別法、イオン交換クロマトグラフィー法、電気透析法等の公知の精製法によって精製することができる。

【0032】かくして得られるカルボキシベタイン(1)~(4)は、本発明化粧料中に0.1~20重量%、特に0.5~10重量%配合するのが、ベストかつ、しっとりするので好ましい。

【0033】本発明化粧料には、上記カルボキシベタイン(1)~(4)の他に通常の化粧料に用いられる成分、例えばエチレングリコール、ジエチレングリコール、トリエチレングリコール、それ以上のポリエチレングリコール類、プロピレングリコール、ジプロピレングリコール、それ以上のポリプロピレングリコール類、1,3-ブチレングリコール、1,4-ブチレングリコール等のブチレングリコール類、グリセリン、ジグリセリン、それ以上のポリグリセリン類、ソルビトール、マンニトール、キシリトール、マルチトール等の糖アルコール類、グリセリン類のエチレンオキシド(以下、EOと略記)、プロピレンオキシド(以下、POと略記)付加物、糖アルコール類のEO、PO付加物、ガラクトース、グルコース、フルクトース等の単糖類とそのEO、PO付加物、マルトース、ラクトース等の多糖類とそのEO、PO付加物などの多価アルコール；流動パラフィン、スクワラン、ワセリン、固形パラフィン等の炭化水素、オリーブ油、ホホバ油、月見草油、ヤシ油、牛脂等の天然油、イソプロピルミリステート、セチルイソオクタノエート、ジカプリン酸ネオペンチルグリコールなどのエステル油、メチルシリコーン、メチルフェニルシリコーン等のシリコーン油、イソステアリン酸、オレイン酸等の高級脂肪酸などの油性成分；POEアルキルエーテル、POE分岐アルキルエーテル、POEソルビタンエステル、POEグリセリン脂肪酸エステル、POE硬化ヒマシ油、ソルビタンエステル、グリセリン脂肪酸エステル、ポリグリセリン脂肪酸エステルなどの界面活性剤；ビタミン類、トリクロサン、トリクロロカルバン等の殺菌剤、グリチルリチン酸ジカリウム、酢酸トコフェロール等の抗炎症剤、ジシクビリチオン、オクトピロックス等の抗フケ剤、賦活剤、紫外線吸収剤などの薬剤；メチルパラベン、ブチルパラベン等の防腐剤、アルキルアミノオキサイド、脂肪酸アルカノールアミド等の増泡剤、無機塩類、ポリエチレングリコールステアレート、エタノール等の粘度調整剤、パール化剤、香料、色素、酸化防止剤；モンモリナイト、サポナイト、ヘクライト、ビーガム、クニピア、スメクトンなどの水膨潤性粘土鉱物；カラギーナン、キサンタンガム、アルギン酸ナ

(5)

特開平7-223920

7

トリウム、プルラン、メチルセルロース、カルボキシメチルセルロース、ヒドロキシエチルセルロース、ヒドロキシプロピルセルロース等の多糖類、カルボキシビニルポリマー、ポリビニルピロリドン等の合成高分子などの他の高分子；酸化チタン、カオリン、マイカ、セリサイト、亜鉛華、タルク等の体質顔料、ポリメチルメタクリル酸、ナイロンパウダー等の高分子粉体などの顔料等を、本発明の効果を損なわない範囲で適宜配合することができる。

【0034】本発明化粧料は、通常の方法により製造することができ、その剤型は液体状、クリーム状、固型状、粉末状等任意の剤型とすることができるが、特に液体状又はクリーム状とすることが好ましい。

【0035】

【発明の効果】本発明化粧料は、優れた保湿効果を有し、その効果は汗や水洗等により損なわれにくく、かつ皮膚や毛髪に対してべとつかず、しっとりとした感触とともに柔軟性を付与するものであり、特に洗い流して用いるタイプのリンス、ボディリンスとして好適である。

【0036】

【実施例】以下、実施例を挙げて本発明を更に詳細に説明するが本発明はこれらに限定されるものではない。

【0037】合成例1

反応器にジメチルグリシン塩酸塩50g(0.36モル)、水100ml、エタノール150mlを入れた後、48%苛性ソーダ水溶液をpH9となるまで加えた。その後、60℃に昇温し、10-クロロデカノール77g(0.40モル)をエタノール100mlに溶解した溶液を2時間で滴下した。滴下中、pH9を維持する様に48%苛性ソーダ水溶液を適宜加えた。滴下終了後、同温を保ち5時間攪拌を続けた。反応終了後、減圧下、溶媒及び未反応10-クロロデカノールを留去し、残渣を水400mlに溶解し、イオン交換クロマトグラフィー(イオン交換樹脂：パイオラッド社製、PAG501-X8)により精製、減圧下溶媒を留去して、N,N-ジメチル-N-ヒドロキシデシルグリシン(化合物1)を得た(収率：76%)。これを、シリカゲル薄層クロマト(展開溶媒；クロロホルム/メタノール=1/1)にかけると1スポットであった。

【0038】

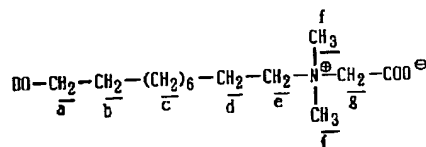
【表1】<sup>1</sup>H-NMR(D<sub>2</sub>O): δ(ppm)

1.21~1.31(幅広い一重線, 12H, c), 1.60~1.95(複雑な多重線, 4H, b+ d), 3.14(一重線, 6H, f), 3.48~3.70(複雑な多重線, 4H, a+e), 3.780(一重線, 2H, g)。

【0039】

【化10】

8



【0040】質量分析(FABイオン化法)

M/Z 260(M+H)<sup>+</sup>M=C<sub>14</sub>H<sub>29</sub>O<sub>3</sub>N

【0041】合成例2

10 反応器に11-ブロモウンデカン酸ナトリウム287.0g(1.0モル)、水200g及びエタノール400gを入れた後、室温でN,N-ジメチルエタノールアミン62.4g(0.7モル)を1時間かけて滴下した。滴下後、徐々に昇温し、80℃で8時間反応させた。反応終了後、そのままイオン交換クロマトグラフィー(イオン交換樹脂；パイオラッド社製、AG501-X8)により、精製し、減圧下溶媒を留去して、1-カルボキシデシル-N,N-ジメチル-N-ヒドロキシエチル-N-メタンアミニウムハイドロキサイドインナーサル

20

【0042】

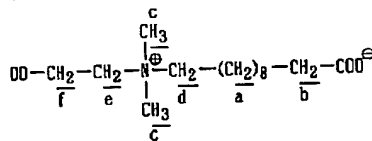
【表2】<sup>1</sup>H-NMR(D<sub>2</sub>O): δ(ppm)

プロトン数

0.70~1.56(multiplet broad a), 16H  
1.71~1.88(triplet b), 2H  
2.75 (singlet c), 6H  
2.93~3.10(multiplet d), 2H  
3.10~3.24(multiplet e), 2H  
3.57~3.73(broad f), 2H

【0043】

【化11】



40 【0044】質量分析(FABイオン化法)：

M/Z 274(M+H)

M=C<sub>16</sub>H<sub>31</sub>O<sub>3</sub>N

【0045】合成例3

反応容器に、2-(メチルアミノ)エタノール100g(1.34モル)、水80gをいれ、5℃に冷却した。これにクロロ酢酸ナトリウム156g(1.34モル)水溶液300gを50分かけて滴下し、50℃に昇温し、9時間攪拌した。反応終了後、室温まで冷却し、イソプロパノール300gを加えた。16%水酸化ナトリウム水溶液を加え、pH10にした後、70℃に昇温し

50

た。その後、ドデシルブロマイド334g (1.34モル) を1時間30分かけて滴下し、20時間熟成した。反応終了後、減圧下に溶媒を留去し、クロロホルム500ml、メタノール125mlを加え、不溶の無機塩等を濾別した。その後シリカゲルカラム (シリカゲル; メルク社製, シリカゲル60 (Particle size 0.063-0.2mm)、溶離液; クロロホルム/メタノール=4/1) にてTLC (展開溶媒; クロロホルム/メタノール=4/1, Rf=3) 1スポットになるまで精製して、1-カルボキシ-N-メチル-N-ヒドロキシエチル-N-ドデシルメタンアミニウムヒドロキサイドインナーサルト (化合物3) 267gを得た (収率66%)。

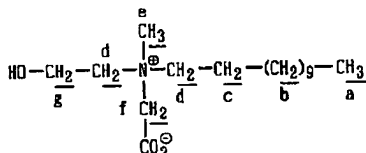
【0046】

【表3】<sup>1</sup>H-NMR(D<sub>2</sub>O): δ (ppm)

4.40	(t, 3H, a),
0.55	(broad, 18H, b),
0.90	(broad, m, 2H, c),
1.35	(s, 3H, e),
2.85	(s, 3H, e),
3.15~3.40	(broad, m, 4H, d),
3.50	(s, 2H, f),
3.60	(t, 2H, g).

【0047】

【化12】



【0048】合成例4

反応器に、N-メチルヘキシルアミン58g (0.5モル)、エタノール87g、エチレンクロロヒドリン60g (0.8モル) を入れ、60℃にて16時間撹拌を行った。反応品を減圧下溶媒を留去し、残渣をクロロホルム100gに溶解し、水洗を3回行い、溶媒を減圧下留去し、粘稠な液体であるN-メチルヘキシルエタノールアミン68gを得た。次いで、これをエタノール150gに溶解し、クロロ酢酸ナトリウム70g (0.6モル) を水300gに溶解した溶液を加え、65℃にて25時間撹拌した。反応終了後、減圧下溶媒を留去し、残渣に水500gを加えて溶解し、イオン交換クロマトグラフィー (イオン交換樹脂; パイオラッド社製, AG501-X8) により精製し、減圧下、溶媒を留去して、N-メチル-N-ヘキシル-N-(2-ヒドロキシエチル)-グリシン (化合物4) 32g (収率29%) を得た。このものは、HPLC (カラム; 島津製作所製, シマツゲルSCR101N, 溶離液: 水, 検出器; RI) にて純度98.1%であった。

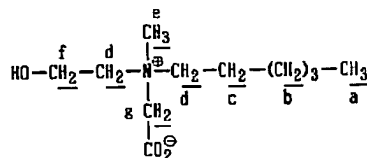
【0049】

【表4】<sup>1</sup>H-NMR(D<sub>2</sub>O): δ (ppm)

0.45	(t, 3H, a),
0.98	(broad, 6H, b),
1.40	(m, 2H, c),
2.90	(s, 3H, e),
3.05~3.40	(broad, m, 4H, d),
3.50	(s, 2H, g),
3.65	(t, 2H, f).

【0050】

10 【化13】



【0051】合成例5

反応器にジメチルグリシン塩酸塩41.9g (0.3モル)、エタノール150g、48%苛性ソーダ水溶液50gを入れ、撹拌還流下に、6-クロロ-1-ヘキサノール53g (0.39モル) を25分で滴下した。滴下終了後、2.5時間撹拌還流を継続した。反応終了後、溶媒を減圧留去し、残渣に水500gを加えて溶解し、イオン交換クロマトグラフィー (イオン交換樹脂; パイオラッド社製, AG501-X8) により精製し、減圧下、溶媒を留去して、N,N-ジメチル-N-(6-ヒドロキシヘキシル)-グリシン (化合物5) 44.8g (収率74%) を得た。このものはHPLC (カラム; 島津製作所製, シマツゲルSCR101N, 溶離液; 水, 検出器; RI) にて純度99.1%であった。

30

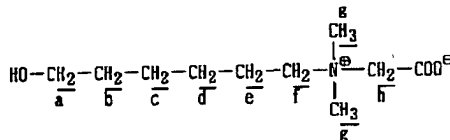
【0052】

【表5】<sup>1</sup>H-NMR(D<sub>2</sub>O): δ (ppm)

1.40	(br s, 4H, c, d)
1.56	(br s, 2H, b)
1.77	(br s, 2H, e)
3.21	(s, 6H, g),
3.45~3.65	(m, 4H, a, f),
3.85	(s, 2H, h).

【0053】

【化14】



【0054】実施例1

下記表1に示す組成のヘアリンス組成物を調製し、今までにコールドパーマ、ブリーチ等の美容処理を行ったことのない日本人女性パネラー10人にその性能を評価してもらった。すなわちシャンプー後の毛髪に2g塗布してなじませたのち、40℃の流水ですすぎを行い、タオ



ルドライ後ドライヤーで乾燥した後、その性能を評価した。結果を表6に示す。

(評価基準)

(1) 柔軟性

◎：非常に柔らかい。

○：柔らかい。

△：硬いとも、柔らかいともいえない。

×：硬い。

(2) べとつき感

◎：べとつかず感触がよい。

\*○：べとつかない。

△：どちらともいえない。

×：べとつく。

(3) しっとり感

◎：非常にしっとりする。

○：しっとりする。

△：どちらともいえない。

×：しっとりしない。

【0055】

\*10 【表6】

(重量%)

成 分	本 発 明 品			比 較 品	
	1	2	3	1	2
ステアリルトリメチルアンモニウムクロリド	1.3	1.3	1.3	1.3	1.3
セチルアルコール	4	4	4	4	4
化合物2	3	—	—	—	—
化合物1	—	3	5	—	—
ホスホベタイン*	—	—	—	—	3
水	バランス	バランス	バランス	バランス	バランス
柔軟性	◎	◎	◎	△	○
べとつき感	◎	◎	◎	△	○
しっとり感	◎	◎	◎	△	○

\*：マルトースー〔(2-ヒドロキシ-3-N, N, N-トリメチルアンモニオ)プロピル〕ホスフェート

【0056】その結果、本発明品はいずれも水で洗い流した後も毛髪への柔軟性付与効果に優れ、かつべとつかず、しっとりした感触が得られるものであり、これらの効果はホスホベタインを上回るものであった。

※【0057】実施例2

30 下記に示す組成のヘアトリートメントを常法により調製した。

※ 【表7】

(成分)

2-ドデシルヘキサデシルトリメチルアンモニウムクロリド

2

ステアリルトリメチルアンモニウムクロリド

2

化合物1

5

ステアリルアルコール

5

ラノリン

3

流動パラフィン

3

ポリペプチド

(コラーゲン加水分解物)

5

ヒドロキシエチルセルロース

(1%水溶液粘度8, 000cp)

0.5

ポリエチレン(5)オレイルエーテル

0.5

メチルパラベン

0.2

香料

0.4

水

バランス

合計

100 (重量%)

【0058】このヘアトリートメントは、洗い流した後も毛髪への柔軟性付与効果に優れ、かつべとつかず、し

っとりした感触が得られるものであった。

\* 製した。

【0059】実施例3

【表8】

以下に示す組成のボディトリートメントを常法により調\*

(成分)	
2-ヘキシルデシルリン酸アルギニン塩	1
2-エチルヘキサン酸ジグリセライド	20
2-エチルヘキサン酸ネオペンチルグリコール	20
化合物2	5
N-トリス(ヒドロキシメチル)-イソステアリン酸アミド	3
オリーブ油	3
スクワラン	3
ソルビトール	10
ジエチレングリコールモノエチルエーテル	10
香料、色素	適量
水	バランス
合計	100 (重量%)

【0060】このボディトリートメントは、洗い流した後も保湿性に優れ、かつべとつかず、しっとりした感触が得られるものであった。

※【0061】実施例4

以下に示す組成のバック化粧料を常法により調製した。

※20 【表9】

(成分)	
ポリビニルアルコール <sup>*1</sup>	12
ポリエチレングリコール4000	2
ポリオキシエチレンメチルグルコシド(20EO付加物 <sup>*2</sup> )	3
化合物5	5
スクワラン	3
エタノール	7.7
香料	0.5
防腐剤	適量
モノステアリン酸ソルビタン <sup>*3</sup>	0.5
モノステアリン酸ポリオキシエチレンソルビタン(20EO付加物 <sup>*4</sup> )	0.2
水	バランス
合計	100 (重量%)

\*1 ゴーセノールEG-30：日本合成化学工業(株)

しかもべとつかず、しっとり感の得られるものであった。

\*2 グルカムE-20：アマコールコーポレーション

【0063】実施例5

\*3 レオドールSPS10：花王(株)

以下に示す処方の化粧水を常法により調製した。

\*4 レオドールTWS120：花王(株)

40 【表10】

【0062】このバックは、汗で保湿性が失なわれず、

(成分)	
乳酸	0.03
乳酸ナトリウム	0.84
化合物1	5
グリセリン	2
ポリオキシエチレンオレイルエーテル(20EO付加物)	1
エタノール	10
香料	0.3

15	16
水	バランス
合計	100 (重量%)

【0064】この化粧水は汗で保湿性が失なわれず、しかもべとつかず、しっとり感の得られるものであった。

\*以下に示す処方の粉末入浴剤を常法により調製した。  
【表11】

【0065】実施例6

\*

(成分)	
炭酸水素ナトリウム	6.7
デキストリン	3.0
化合物3	2
香料	0.5
色素	0.5
合計	100 (重量%)

【0066】この粉末入浴剤は、皮膚に対する保湿効果に優れ、かつしっとり感の得られるものであった。

※以下に示す処方の固型入浴剤を常法により調製した。  
【表12】

【0067】実施例7

※

(成分)	
炭酸水素ナトリウム	3.7
コハク酸	3.6
デキストリン	2.5
化合物4	1.5
香料	0.5
合計	100 (重量%)

【0068】この固型入浴剤は、皮膚に対する保湿効果

に優れ、かつしっとり感の得られるものであった。

フロントページの続き

(51)Int.Cl.<sup>6</sup>

識別記号

庁内整理番号

F I

技術表示箇所

A 6 1 K 7/50

C 0 7 C 229/12

7537-4H